

10/ 574 178

## 明 細 書

1AP5 Rec'd PCT/PTO 30 MAR 2006

## 塩化ビニル系繊維及びその製造方法

## 技術分野

- [0001] 本発明は、ウィッグ、ヘアピース、ブレード、エクステンションヘア等の頭髮裝飾製品の製造において用いられる人毛に似た艶、色相、及び、風合いを有する塩化ビニル系繊維に関するものである。

## 背景技術

- [0002] 従来、塩化ビニル系樹脂を紡糸して得た塩化ビニル系繊維は、透明性及び柔軟性に優れているので、頭髮裝飾製品を構成する人工毛髪用繊維として、多く使用されている。この人工毛髪用繊維を工業的に製造するには、溶剤を用いる方法と溶媒を使用しない方法とがある。前記「溶剤を用いる方法」としては、湿式紡糸法及び乾式紡糸法が知られており、また、前記「溶媒を使用しない方法」としては、熔融紡糸法が知られている。
- [0003] 塩化ビニル系樹脂は、熔融粘度が高く、且つ、曳糸性が極めて低いので、塩化ビニル系樹脂を熔融紡糸して一定品質の塩化ビニル繊維とすることは、難しいという問題があった。そして、塩化ビニル系樹脂は、高温の環境下におかれたり、また、日光や紫外線に曝されると、塩化ビニル系樹脂を構成する塩化ビニル重合体に脱塩化水素反応が生じるので、塩化ビニル系樹脂で構成される塩化ビニル系繊維は、1) 初期着色性が劣ること、2) 黄色味の強い繊維になり易いこと、3) 商品価値を低下させる場合があること、といった問題があった。
- [0004] そこで、かかる問題を解決するために、塩化ビニル系樹脂100〜60重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂0〜40重量%からなる塩化ビニル系混合物100重量部に対して、(a) エチレン-酢酸ビニル系樹脂を1〜35重量部と、(b) 熱安定剤0.2〜5.0重量部と、(c) 滑剤0.2〜5.0重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物からなる塩化ビニル系繊維が提案された(特許文献1を参照。)。そして、前記特許文献1には、前記熱安定剤(b)として、スズ系熱安定剤、Ca-Zn系熱安定剤、ハイドロタルサイト系熱安定剤、及び、ゼオライト系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1

種を用いることが開示されている。

特許文献1:特開平11-100714号公報

## 発明の開示

### 発明が解決しようとする課題

[0005] しかしながら、前記「熱安定剤」として例示されているスズ系熱安定剤(有機スズ系安定剤)を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を用いて熔融紡糸する場合には、有機スズ系安定剤が環境に排出されると、生態系に悪影響を及ぼしたり、独特の臭気を放つという問題があった。そして、前記「スズ系熱安定剤」以外の熱安定剤を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を用いて熔融紡糸する場合には、製造時の糸切れ、初期着色性等の面から満足できる性能の塩化ビニル系繊維が得られないという問題があった。

[0006] また、前記「ハイドロタルサイト系熱安定剤」を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を用いて熔融紡糸する場合には、熔融紡糸機械内における金網に塩化ビニル系樹脂の炭化物が詰まるので、糸切れ頻度がいつそう増えて紡糸が困難となり、そのために、連続熔融紡糸性、即ち、熔融紡糸のロングラン性が悪くなるという問題があった。また、このハイドロタルサイト系熱安定剤を構成成分に含む塩化ビニル系繊維は、熱を加えてカールさせる際に、変色するという問題もあった。

[0007] 本発明は、これらの問題を解決することを目的としている。

[0008] 即ち、本発明は、ハイドロタルサイト系熱安定剤を使用し、熔融紡糸のロングラン性が確保されて、良好で安定した生産性が得られ、しかも、カール付与工程で熱を加えても、変色が少ない塩化ビニル系繊維及びその製造方法を提供することを目的としている。

### 課題を解決するための手段

[0009] 本発明者らは、前記問題が生じる原因を鋭意探究したところ、1)前記「ハイドロタルサイト系熱安定剤」を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を用いて熔融紡糸する際に、熔融紡糸機械内における金網に塩化ビニル系樹脂の炭化物が詰まること、及び、2)前記「ハイドロタルサイト系熱安定剤」を構成成分に含む塩化ビニル系繊維に熱を加えてカールさせる際に、該塩化ビニル系繊維が変色すること、といった問題が、ハ

イドロタルサイト系熱安定剤の分散不良によって生じることを見出した。そして、本発明者らは、かかる知見に基づいて、(a)塩化ビニル系樹脂100質量部、及び、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2〜5.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物に、(c)エポキシ化合物0.2〜10.0質量部を含有させたところ、ハイドロタルサイト系熱安定剤を使用しても、熔融紡糸のロングラン性が確保されて、良好で安定した生産性が得られ、しかも、カール付与工程で熱を加えても、変色が少ない塩化ビニル系繊維を提供できることを見出して本発明を完成するに至った。

[0010] 即ち、請求項1に記載された発明は、前記目的を達成するために、(a)塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2〜5.0質量部、及び、(c)エポキシ化合物0.2〜10.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物で構成されていることを特徴とする塩化ビニル系繊維である。

[0011] 請求項2に記載された発明は、請求項1に記載された発明において、前記エポキシ化合物が、エポキシ化大豆油、エポキシ化亜麻仁油、エポキシ化桐油、エポキシ化魚油、エポキシ化牛脂油、エポキシ化ひまし油、エポキシ化サフラワー油等のエポキシ化動植物油、エポキシ含有メタクリル酸化合物、エポキシ化ステアリン酸メチル、エポキシ化ポリブタジエン、トリス(エポキシプロピル)イソシアヌレート、エポキシ化トール油脂肪酸エステル、エポキシ化亜麻仁油脂肪酸エステル、ビニルクロヘキセンジエポキサイド、ジシクロヘキセンカルボキシレート、ビスフェノールAジグリシジルエーテル、グリセリンポリグリシジルエーテル、及び、シクロヘキサンジメタノールポリグリシジルエーテルから選ばれる少なくとも一種のエポキシ化合物であることを特徴とするものである。

[0012] 請求項3に記載された発明は、請求項1又は2に記載された発明において、前記塩化ビニル系樹脂組成物が、さらに、(d)窒素含有ポリオール0.01〜2.0質量部を含有することを特徴とするものである。

[0013] 請求項4に記載された発明は、請求項3に記載された発明において、前記窒素含有ポリオールが、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレート、トリス(3-ヒドロキシプロピル)イソシアヌレート、又は、トリス(4-ヒドロキシブチル)イソシアヌレートであることを特徴とするものである。

- [0014] 請求項5に記載された発明は、(a)塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2～5.0質量部、及び、(c)エポキシ化合物0.2～10.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を170～190℃の温度で熔融紡糸することを特徴とするものである。
- [0015] 請求項6に記載された発明は、請求項5に記載された発明において、前記熔融紡糸した塩化ビニル系繊維を90～120℃の温度に保持した空気雰囲気下で2～4倍まで延伸した後、この延伸した塩化ビニル系繊維を110～140℃の温度に保持した空気雰囲気下で延伸した繊維の繊維長の60～100%の長さに収縮するまで熱弛緩させることを特徴とするものである。
- [0016] 請求項7に記載された発明は、請求項5又は6に記載された発明において、前記塩化ビニル系樹脂組成物が、さらに、(d)窒素含有ポリオール0.01～2.0質量部を含有することを特徴とするものである。

#### 発明の効果

- [0017] 請求項1, 2に記載された発明によれば、(a)塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2～5.0質量部、及び、(c)エポキシ化合物0.2～10.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物で構成されているので、ハイドロタルサイト系熱安定剤を使用しても、熔融紡糸のロングラン性が確保されて、良好で安定した生産性が得られ、しかも、カール付与工程で熱を加えても、変色が少ない塩化ビニル系繊維を提供することができる。
- [0018] 請求項3, 4に記載された発明によれば、前記塩化ビニル系樹脂組成物が、さらに、(d)窒素含有ポリオール0.01～2.0質量部を有しているので、前記エポキシ化合物との相乗効果によって、カール付与工程で熱を加えた際の変色の抑制効果をいっそう向上させることができる。
- [0019] 請求項5, 6に記載された発明によれば、(a)塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2～5.0質量部、及び、(c)エポキシ化合物0.2～10.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を170～190℃の温度で熔融紡糸するので、ハイドロタルサイト系熱安定剤を使用しても、熔融紡糸のロングラン性が確保されて、良好で安定した生産性が得られ、しかも、カール付与工程で熱を加えても

、変色が少ない塩化ビニル系繊維を提供することができる。

- [0020] 請求項7に記載された発明によれば、前記塩化ビニル系樹脂組成物が、さらに、(d)窒素含有ポリオール0.01〜2.0質量部を有しているので、前記エポキシ化合物との相乗効果によって、カール付与工程で熱を加えた際の変色の抑制効果をいっそう向上させることができる。

#### 発明を実施するための最良の形態

- [0021] 本発明の塩化ビニル系繊維は、(a)塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2〜5.0質量部、及び、(c)エポキシ化合物0.2〜10.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物で構成されている。

- [0022] このように、(a)塩化ビニル系樹脂100質量部、及び、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2〜5.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物に、(c)エポキシ化合物0.2〜10.0質量部を含有させると、ハイドロタルサイト系熱安定剤を使用しても、熔融紡糸のロングラン性が確保されて、良好で安定した生産性が得られ、しかも、カール付与工程で熱を加えても、変色が少ない塩化ビニル系繊維を提供することができる。

- [0023] 前記「塩化ビニル系樹脂」は、(イ)塩化ビニルの塊状重合、溶液重合、懸濁重合、乳化重合等によって得られたものであるが、その重合方法には特に限定されず、例えば、ポリ塩化ビニル、塩素化ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、塩素化ポリエチレン、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル-エチレン共重合体、塩化ビニル-プロピレン共重合体、塩化ビニル-スチレン共重合体、塩化ビニル-イソブチレン共重合体、塩化ビニル-塩化ビニリデン共重合体、塩化ビニル-スチレン-無水マレイン酸三元共重合体、塩化ビニル-スチレン-アクリロニトリル三元共重合体、塩化ビニル-ブタジエン共重合体、塩化ビニル-イソプレン共重合体、塩化ビニル-塩素化プロピレン共重合体、塩化ビニル-塩化ビニリデン-酢酸ビニル三元共重合体、塩化ビニル-マレイン酸エステル共重合体、塩化ビニル-メタクリル酸エステル共重合体、塩化ビニル-アクリロニトリル共重合体、塩化ビニル-各種ビニルエーテル共重合体等の塩素含有樹脂、(ロ)それらの相互のブレンド品、(ハ)それらの塩素含有樹脂と他の塩素を含まない合成樹脂、例えば、アクリロニトリル-スチレン共重合体、アクリロ

ニトリル−スチレン−ブタジエン三元共重合体、エチレン−酢酸ビニル共重合体、エチレン−エチル(メタ)アクリレート共重合体、ポリエステル等とのブレンド品、或いは、(ニ)塩化ビニルを重合含有するブロック共重合体、塩化ビニルを重合含有するグラフト共重合体等をあげることができる。

[0024] 前記「繊維用塩化ビニル系樹脂組成物」には、従来塩化ビニル系組成物に使用される公知の添加剤を配合してもよい。これらの添加剤は、例えば、可塑剤、滑剤、相溶化剤、加工助剤、強化剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、帯電防止剤、充填剤、難燃剤、顔料、初期着色改善剤、導電性付与剤、表面処理剤、光安定剤、及び、香料である。

[0025] 本発明の塩化ビニル系繊維は、その一本の太さが、好ましくは、20〜100デニールであり、さらに好ましくは、50〜80デニールである。このように、塩化ビニル繊維一本の太さが20〜100デニールであると、天然の毛髪と遜色がないものとなり、そして、塩化ビニル繊維一本の太さが50〜80デニールであると、それに加えて、触感及び風合いが向上したものとなる。

[0026] 本発明の塩化ビニル系繊維の断面形状は、いかなるものでもよく、例えば、円形、楕円形、メガネ形、星形、H字形、T字形、Y字形、三角形、四角形、十字形、ハート形、馬蹄形、又は、これらの組み合わせでもよい。また、これらの中空体であってもよい。

[0027] 本発明における「ハイドロタルサイト系熱安定剤」は、有機スズ系熱安定剤のように、環境における微生物に悪影響をおぼしたり、臭気を発生させるといった問題がなく、しかも、毒性がない。このような「ハイドロタルサイト系熱安定剤」は、具体的には、ハイドロタルサイト化合物であり、さらに具体的には、マグネシウム及び／又はアルカリ金属とアルミニウム或いは亜鉛、マグネシウム及びアルミニウムからなる複合塩化合物である。また、それらの複合塩には、化合物結晶水を脱水したものもある。また、ハイドロタルサイト化合物は、天然物であっても合成品であってもよいが、合成品の合成方法としては、従来公知の方法でよい。

[0028] 本発明においては、前記ハイドロタルサイト系熱安定剤の配合量が0.2質量部より少ないと、糸切れ頻度が増加し、そして、前記ハイドロタルサイト系熱安定剤の配合

量が5.0質量部より多いと、初期着色性を悪化させる。したがって、本発明においては、前記ハイドロタルサイト系熱安定剤の配合量は、好ましくは、0.2〜5.0質量部であり、さらに好ましくは、0.5〜3.0質量部である。

[0029] 本発明における「エポキシ化合物」は、好ましくは、エポキシ化大豆油、エポキシ化亜麻仁油、エポキシ化桐油、エポキシ化魚油、エポキシ化牛脂油、エポキシ化ひまし油、エポキシ化サフラワー油等のエポキシ化動植物油、エポキシ含有メタクリル酸化合物、エポキシ化ステアリン酸メチル、エポキシ化ポリブタジエン、トリス(エポキシプロピル)イソシアヌレート、エポキシ化トール油脂肪酸エステル、エポキシ化亜麻仁油脂肪酸エステル、ビニルクロヘキセンジエポキサイド、ジシクロヘキセンカルボキシレート、ビスフェノールAジグリシジルエーテル、グリセリンポリグリシジルエーテル、及び、シクロヘキサレンジメタノールポリグリシジルエーテルから選ばれる少なくとも一種のエポキシ化合物であるが、本発明の目的に反しない限りこれらのエポキシ化合物以外のエポキシ化合物であってもかまわない。

[0030] 本発明においては、前記「エポキシ化合物」の配合量が0.2質量部より少ないと、熔融紡糸のロングラン性の改善効果や製造される塩化ビニル系繊維の変色抑制効果が小さくなり、そして、前記エポキシ化合物の配合量が10.0質量部より多いと、糸切れ頻度が増加する。したがって、本発明においては、前記エポキシ化合物の配合量は、好ましくは、0.2〜10.0質量部であり、さらに好ましくは、0.5〜3.0質量部である。

[0031] 本発明においては、前記塩化ビニル系樹脂組成物は、好ましくは、さらに、(d)窒素含有ポリオール0.01〜2.0質量部を含有することができる。このように前記塩化ビニル系樹脂組成物が、さらに、(d)窒素含有ポリオール0.01〜2.0質量部を有していると、前記エポキシ化合物との相乗効果によって、カール付与工程で熱を加えた際の変色の抑制効果をいっそう向上させることができる。

[0032] 前記窒素含有ポリオールは、好ましくは、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレート、トリス(3-ヒドロキシプロピル)イソシアヌレート、又は、トリス(4-ヒドロキシブチル)イソシアヌレートであるが、本発明の目的に反しない限りこれらの窒素含有ポリオール以外のエポキシ化合物であってもかまわない。

- [0033] 本発明においては、前記窒素含有ポリオール配合量が0.01質量部より少ないと、カール付与工程で熱を加えた際の変色を少なくする効果が小さくなり、そして、前記窒素含有ポリオール配合量が2.0質量部より多いと糸切れ頻度が増加する。したがって、本発明においては、前記窒素含有ポリオール配合量は、好ましくは、0.01～2.0質量部であり、さらに好ましくは、0.02～1.0質量部である。
- [0034] 本発明の塩化ビニル系繊維は、好ましくは、(a)塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2～5.0質量部、及び、(c)エポキシ化合物0.2～10.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を170～190℃の温度で熔融紡糸することにより製造される。このように、(a)塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2～5.0質量部、及び、(c)エポキシ化合物0.2～10.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を170～190℃の温度で熔融紡糸すると、ハイドロタルサイト系熱安定剤を使用しても、熔融紡糸のロングラン性が確保されて、良好で安定した生産性が得られ、しかも、カール付与工程で熱を加えても、変色が少ない塩化ビニル系繊維を提供することができる。
- [0035] 本発明の塩化ビニル系繊維の製造においては、前記「塩化ビニル系樹脂組成物」をヘンシェルミキサ、リボンプレンダ等の混合機を使用して混合したパウダーコンパウンド、又は、これを熔融混合したペレットコンパウンドを、単軸押出機、異方向二軸押出機、コニカル二軸押出機等の熔融押出機を使用して170～190℃の温度で熔融紡糸することにより製造される。
- [0036] 本発明の塩化ビニル系繊維の製造においては、前記熔融紡糸した塩化ビニル系繊維を90～120℃の温度に保持した空気雰囲気下で2～4倍まで延伸した後、この延伸した塩化ビニル系繊維を110～140℃の温度に保持した空気雰囲気下で処理前の60～100%の長さになるまで熱弛緩させる。
- [0037] 本発明の塩化ビニル系繊維の製造においては、前記塩化ビニル系樹脂組成物は、好ましくは、さらに、(d)窒素含有ポリオール0.01～2.0質量部を含有させることができる。このように、前記塩化ビニル系樹脂組成物が、さらに、(d)窒素含有ポリオール0.01～2.0質量部を有していると、前記エポキシ化合物との相乗効果によって、カール付与工程で熱を加えた際の変色の抑制効果をいっそう向上させることができ



る。

## 実施例

### [0038] (実施例1)

(a)塩化ビニル樹脂(大洋塩ビ株式会社製、TH-1000)80質量部と、塩素化塩化ビニル樹脂(積水化学工業株式会社製、HA-24K)10質量部と、エチレン・酢ビ／塩ビグラフト重合樹脂(積水化学工業株式会社製、TGH-1100)10質量部とを配合して得た塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤(協和化学社製、アルカマイザー-1)2質量部、(c)エポキシ化合物(日本油脂社製、ファルパック75ASV)0.8質量部、(d)窒素含有のポリオール(日産化学社製、NF-SE)0.5質量部、(e)亜リン酸エステル化合物(旭電化社製、アデカスタブPEP-8)0.5質量部、(f)亜鉛石鹼(日産化学社製NF-12Zn)0.8質量部、(g)カルシウム石鹼(日産化学社製、NF-12Ca)1.0質量部、及び、(h)エステル系滑剤(理研ビタミン社製EW-100)0.7質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を、ノズル断面積 $0.06\text{mm}^2$ 、孔数120、及び、金型温度 $175^\circ\text{C}$ の紡糸金型から、押出量 $10\text{Kg}/\text{時間}$ で熔融紡糸して、平均繊度135デニールの塩化ビニル系繊維とした。そして、この塩化ビニル系繊維を $105^\circ\text{C}$ の空気雰囲気下で300%まで延伸した後、この延伸した繊維を、 $110^\circ\text{C}$ の空気雰囲気下で、延伸した繊維の繊維長の75%の長さに収縮するまで、熱弛緩させて平均繊度60デニールの塩化ビニル系繊維を得た。

### [0039] (実施例2)

塩化ビニル系樹脂組成物に、(d)窒素含有のポリオール(日産化学社製、NF-SE)0.5質量部を含有させなかった以外は、前記実施例1と同様にして塩化ビニル系繊維を得た。

### [0040] (実施例3)

塩化ビニル系樹脂組成物に、(d)窒素含有のポリオール(日産化学社製、NF-SE)5質量部を含有させた以外は、前記実施例1と同様にして塩化ビニル系繊維を得た。

### [0041] (比較例1)

(a)塩化ビニル樹脂(大洋塩ビ株式会社製、TH-1000)80質量部と、塩素化塩化ビニル樹脂(積水化学工業株式会社製、HA-24K)10質量部と、エチレン・酢ビ／

塩ビグラフト重合樹脂(積水化学工業株式会社製、TGH-1100)10質量部とを配合して得た塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤(協和化学社製、アルカマイザー-1)0.1質量部、(c)エポキシ化合物(日本油脂社製、ファルパック75ASV)0.8質量部、(e)亜リン酸エステル化合物(旭電化社製、アデカスタブPEP-8)0.5質量部、(f)亜鉛石鹸(日産化学社製NF-12Zn)0.8質量部、(g)カルシウム石鹸(日産化学社製、NF-12Ca)1.0質量部、及び、(h)エステル系滑剤(理研ビタミン社製EW-100)0.7質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を、ノズル断面積 $0.06\text{mm}^2$ 、孔数120、及び、金型温度 $175^{\circ}\text{C}$ の紡糸金型から、押出量 $10\text{Kg}/\text{時間}$ で熔融紡糸して、平均繊度135デニールの塩化ビニル系繊維とした。そして、この塩化ビニル系繊維を $105^{\circ}\text{C}$ の空気雰囲気下で300%まで延伸した後、この延伸した繊維を、 $110^{\circ}\text{C}$ の空気雰囲気下で、延伸した繊維の繊維長の75%の長さに収縮するまで、熱弛緩させて平均繊度60デニールの塩化ビニル系繊維を得た。

[0042] (比較例2)

塩化ビニル系樹脂組成物に、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤(協和化学社製、アルカマイザー-1)10質量部を含有させた以外は、前記比較例1と同様にして塩化ビニル系繊維を得た。

[0043] (比較例3)

塩化ビニル系樹脂組成物に、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤(協和化学社製、アルカマイザー-1)2質量部、及び、(c)エポキシ化合物(日本油脂社製、ファルパック75ASV)0.1質量部を含有させた以外は、前記比較例1と同様にして塩化ビニル系繊維を得た。

[0044] (比較例4)

塩化ビニル系樹脂組成物に、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤(協和化学社製、アルカマイザー-1)2質量部、及び、(c)エポキシ化合物(日本油脂社製、ファルパック75ASV)20質量部を含有させた以外は、前記比較例1と同様にして塩化ビニル系繊維を得た。

[0045] 以上、実施例1〜3及び比較例1〜4で得られた塩化ビニル系繊維の(イ)ロングラ

ン性、(ロ)変色性、(ハ)糸切れ頻度、及び、(ニ)初期着色性を評価した。評価結果は、次の表1に示される。

[0046] [表1]

	実施例			比較例			
	1	2	3	1	2	3	4
ロングラン性	◎	◎	◎	×	◎	○	×
変色性	◎	○	◎	○	○	×	○
糸切れ頻度	◎	◎	○	×	◎	◎	×
初期着色性	○	○	○	○	×	○	○

[0047] 前記(イ)における「ロングラン性」は、溶融紡糸時に金網目詰まりにより糸切れが多発し、金網を交換しなければ製造を行えない状態になるまでの連続溶融紡糸時間を表したものであり、その評価基準は、次の

◎:連続溶融紡糸時が96時間を超えても糸切れの問題がないので、作業性・生産性の点でより効果が上ったもの

○:連続溶融紡糸時間が96〜48時間でわずかに糸切れが発生するが、ロングラン製造として問題がないもの、

×:連続溶融紡糸時間が48時間未満で多数の糸切れが発生するので、ロングラン製造として成り立たないものとした。

[0048] 前記(ロ)における「変色性」は、カール付与工程の際の変色度合いを判断する特性値である。この「変色性」は、塩化ビニル系繊維を緊張させた状態で105℃のギアオープン中で1時間熱処理した後、熱処理前後の塩化ビニル系繊維の色を色差計(倉敷紡績社製、高精度分光測色機COLOR-7X)で測色して、熱処理前のb値(なお、前記b値は、JIS Z 8722の条件bに準拠した照明・受光条件で測定した値である。)を $b_1$ とし、そして、熱処理後のbを $b_2$ としたときにおける、 $b_1$ と $b_2$ との差 $\Delta b$ 、即ち、 $\Delta b = b_1 - b_2$ で評価されるが、その評価基準は、次の

◎:  $\Delta b < 0.5$  であって、目視で変色しているかわからないもの

○:  $0.5 \leq \Delta b < 1.0$  であって、わずかに変色しているが製品として問題のないもの

の

×:1.  $0 \leq \Delta b$  であって、目視でも変色しているとわかり不合格であるものとした。

[0049] 前記(ハ)における「糸切れ頻度」は、熔融紡糸を行った際の単糸切れが起きる回数であるが、1時間当りの糸切れ頻度(回数/時間)に換算して、次の評価基準

◎:0回 であって、ロングラン製造対象製品として全く問題のないもの

○:1〜2回 であって、ロングラン製造対象製品として問題のないもの

×:3回以上 であって、ロングラン製造対象製品として問題のあるもので評価した。

[0050] 前記(ニ)における「初期着色性」は、熔融紡糸した直後の糸の色を目視により評価されるが、その評価基準は、次の

○:黄変がないもの

×:黄変があるもの

とした。

[0051] 表1から次のことがわかる。

[0052] 実施例1で得られた塩化ビニル系繊維は、すべての特性に関して良く、目標とする塩化ビニル系繊維が得られた。

[0053] 実施例2で得られた塩化ビニル系繊維は、実施例1の配合中のポリオールを配合しなかったものであるが、変色性においてわずかに難はあるが、全ての特性値に関して、製品として問題のない範囲内のものであった。

[0054] 実施例3で得られた塩化ビニル系繊維は、実施例1で得られた塩化ビニル系繊維に比べて糸切れ頻度に多少難はあるが、全ての特性値に関して、製品として問題のない範囲内のものであった。

[0055] 比較例1で得られた塩化ビニル系繊維は、ハイドロタルサイト系熱安定剤の配合量が少なかったために、糸切れ頻度が多くなって紡糸が困難となり、ロングラン性が悪かった。

[0056] 比較例2で得られた塩化ビニル系繊維は、ハイドロタルサイト系熱安定剤の配合量が多すぎるために、初期着色性が悪かった。

[0057] 比較例3で得られた塩化ビニル系繊維は、エポキシ化合物の配合量が少なかったために、ロングラン性と変色性が悪かった。

[0058] 比較例4で得られた塩化ビニル系繊維は、エポキシ化合物の配合量が多すぎたために、糸切れ頻度が多くなって紡糸が困難となり、ロングラン性が悪かった。

#### 産業上の利用可能性

[0059] 本発明の塩化ビニル系繊維は、例えば、ウィッグ、ヘアピース、ブレード、エクステンションヘアー等の頭髮装飾製品の製造において用いられる人毛に似た艶、色相、及び、風合いを有する塩化ビニル系繊維とすることができる。

## 請求の範囲

- [1] (a)塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2～5.0質量部、及び、(c)エポキシ化合物0.2～10.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物で構成されていることを特徴とする塩化ビニル系繊維。
- [2] 前記エポキシ化合物が、エポキシ化大豆油、エポキシ化亜麻仁油、エポキシ化桐油、エポキシ化魚油、エポキシ化牛脂油、エポキシ化ひまし油、エポキシ化サフラワール油等のエポキシ化動植物油、エポキシ含有メタクリル酸化合物、エポキシ化ステアリン酸メチル、エポキシ化ポリブタジエン、トリス(エポキシプロピル)イソシアヌレート、エポキシ化トール油脂肪酸エステル、エポキシ化亜麻仁油脂肪酸エステル、ビニルクロヘキシレンジエポキサイド、ジシクロヘキセンカルボキシレート、ビスフェノールAジグリシジルエーテル、グリセリンポリグリシジルエーテル、及び、シクロヘキサンジメタノールポリグリシジルエーテルから選ばれる少なくとも一種のエポキシ化合物であることを特徴とする請求項1に記載の塩化ビニル系繊維。
- [3] 前記塩化ビニル系樹脂組成物が、さらに、(d)窒素含有ポリオール0.01～2.0質量部を含有することを特徴とする請求項1又は2に記載の塩化ビニル系繊維。
- [4] 前記窒素含有ポリオールが、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレート、トリス(3-ヒドロキシプロピル)イソシアヌレート、又は、トリス(4-ヒドロキシブチル)イソシアヌレートであることを特徴とする請求項3に記載の塩化ビニル系繊維。
- [5] (a)塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2～5.0質量部、及び、(c)エポキシ化合物0.2～10.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を170～190℃の温度で熔融紡糸することを特徴とする塩化ビニル系繊維の製造方法。
- [6] 前記熔融紡糸した塩化ビニル系繊維を90～120℃の温度に保持した空気雰囲気下で2～4倍まで延伸した後、この延伸した塩化ビニル系繊維を110～140℃の温度に保持した空気雰囲気下で処理前の60～100%の長さになるまで熱弛緩させることを特徴とする請求項5に記載の塩化ビニル系繊維の製造方法。
- [7] 前記塩化ビニル系樹脂組成物が、さらに、(d)窒素含有ポリオール0.01～2.0質量部を含有することを特徴とする請求項5又は6に記載の塩化ビニル系繊維の製造

方法。

## 補正書の請求の範囲

[2005年2月8日(08.02.2005)国際事務局受理:]

出願当初の請求の範囲1、2、4、5及び6は補正された;

出願当初の請求の範囲3及び7は取り下げられた。(1頁)]

1. (補正後) (a) 塩化ビニル系樹脂100質量部、(b) ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2~5.0質量部、(c) エポキシ化合物0.2~10.0質量部、及び、(d) 窒素含有ポリオール0.01~2.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物で構成されていることを特徴とする塩化ビニル系繊維。
2. (補正後) 前記エポキシ化合物が、エポキシ化大豆油、エポキシ化亜麻仁油、エポキシ化桐油、エポキシ化魚油、エポキシ化牛脂油、エポキシ化ひまし油、エポキシ化サフラワー油等のエポキシ化動植物油、エポキシ含有メタクリル酸化合物、エポキシ化ステアリン酸メチル、エポキシ化ポリブタジエン、トリス(エポキシプロピル)イソシアヌレート、エポキシ化トール油脂肪酸エステル、エポキシ化亜麻仁油脂肪酸エステル、ビニルクロヘキセンジエポキシサイド、ジシクロヘキセンカルボキシレート、ビスフェノールAジグリシジルエーテル、グリセリンポリグリシジルエーテル、及び、シクロヘキサジメタノールポリグリシジルエーテルから選ばれる少なくとも一種のエポキシ化合物であることを特徴とする請求項1に記載の塩化ビニル系繊維。
3. (削除)
4. (補正後) 前記窒素含有ポリオールが、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレート、トリス(3-ヒドロキシプロピル)イソシアヌレート、又は、トリス(4-ヒドロキシブチル)イソシアヌレートであることを特徴とする請求項1又は2に記載の塩化ビニル系繊維。
5. (補正後) (a) 塩化ビニル系樹脂100質量部、(b) ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2~5.0質量部、(c) エポキシ化合物0.2~10.0質量部、及び、(d) 窒素含有ポリオール0.01~2.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物を170~190℃の温度で熔融紡糸することを特徴とする塩化ビニル系繊維の製造方法。
6. (補正後) 前記熔融紡糸した塩化ビニル系繊維を90~120℃の温度に保持した空気雰囲気下で2~4倍まで延伸した後、この延伸した塩化ビニル系繊維を110~140℃の温度に保持した空気雰囲気下で処理前の60~100%の長さになるまで熱弛緩させることを特徴とする請求項5に記載の塩化ビニル系繊維の製造方法。
7. (削除)



## 条約19条(1)に基づく説明書

請求項1においては、(a)塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2～5.0質量部、及び、(c)エポキシ化合物0.2～10.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物に、(d)窒素含有ポリオール0.01～2.0質量部を含有することを明確にした。

引用例1に記載された発明は、「繊維用塩化ビニル系樹脂組成物から得られる塩化ビニル系繊維は、「糸切れ」、「やけ」や「色むら」がなく、人工毛髪繊維として好適に使用することができる。」というものである。

本発明は、ハイドロタルサイト系熱安定剤を使用しても、溶融紡糸のロングラン性が確保されて、良好で安定した生産性が得られ、しかも、カール付与工程で熱を加えても、変色が少ない塩化ビニル系繊維を提供することができる、という効果と、カール付与工程で熱を加えた際の変色の抑制効果をいっそう向上させることができる、という効果、を得たものである。

請求項5においては、(a)塩化ビニル系樹脂100質量部、(b)ハイドロタルサイト系熱安定剤0.2～5.0質量部、及び、(c)エポキシ化合物0.2～10.0質量部を含有する塩化ビニル系樹脂組成物に、(d)窒素含有ポリオール0.01～2.0質量部を含有することを明確にした。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/013215

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> D01F6/48, A41G3/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> D01F6/48, A41G3/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 2001-279523 A (Toyo Chemical Co., Ltd. et al.), 10 October, 2001 (10.10.01), Par. Nos. [0054] to [0059] (Family: none)	1, 2, 5, 6 3, 4, 7
A	JP 11-100714 A (Kaneka Corp.), 13 April, 1999 (13.04.99), Claims & WO 98/040545 A & JP 10-251916 A & CN 1219211 A & US 6312804 B1 & CN 1089820 B & US 6465099 B1	1-7
A	JP 2000-328355 A (Kaneka Corp.), 28 November, 2000 (28.11.00), Claims (Family: none)	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

## \* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
29 November, 2004 (29.11.04)Date of mailing of the international search report  
14 December, 2004 (14.12.04)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
Int.Cl<sup>7</sup> D01F6/48 A41G3/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))  
Int.Cl<sup>7</sup> D01F6/48 A41G3/00.

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年  
日本国公開実用新案公報 1971-2004年  
日本国登録実用新案公報 1994-2004年  
日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 2001-279523 A (東洋化学株式会社・他1名), 2001. 10. 10, 段落【0054】～【0059】 (ファミリーなし)	1, 2, 5, 6
A		3, 4, 7
A	JP 11-100714 A (鐘淵化学工業株式会社), 1999. 04. 13, 特許請求の範囲 &WO 98/040545 A &JP 10-251916 A &CN 1219211 A &US 6312804 B1 &CN 1089820 B	1-7

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

\* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日  
29. 11. 2004

国際調査報告の発送日  
14.12.2004

国際調査機関の名称及びあて先  
日本国特許庁 (ISA/JP)  
郵便番号100-8915  
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)  
澤村 茂実

4S 9158

電話番号 03-3581-1101 内線 3474

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	& US 6465099 B1  JP 2000-328355 A (鐘淵化学工業株式会社) , 2 000. 11. 28, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-7

Best Available Copy